

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-294225
(43)Date of publication of application : 09.10.2002

(51)Int.Cl.

C09K 3/14
B24B 37/00
G11B 5/84

(21)Application number : 2001-096699

(71)Applicant : FUJIMI ING

(22)Date of filing : 29.03.2001

(72)Inventor : YASUFUKU NOBORU
OWAKI HISAKI
YOKOMICHI NORITAKA
HIRANO JUNICHI

(54) POLISHING COMPOSITION AND MANUFACTURING METHOD OF MEMORY HARD DISK USING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a polishing composition having a high polishing rate and capable of inhibiting generation of scratches and reducing surface roughness.

SOLUTION: The polishing composition for a memory hard disk comprises water, silicon dioxide, an oxidizing agent and at least one organic acid selected from the group consisting of malic acid, maleic acid, lactic acid, acetic acid, citric acid, succinic acid, malonic acid, glycolic acid, adipic acid, ascorbic acid, itaconic acid, iminodiacetic acid, glyoxylic acid, formic acid, acrylic acid, orotic acid, nicotinic acid, citraconic acid and tartaric acid, has a pH of at least 1 but less than 7 and is substantially free from a metallic ion. The manufacturing method of a memory hard disk comprises using the same.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

- [Claim 1] The constituent for memory hard disk polish which pH of a constituent is less than [1 or more] seven, and is characterized by a constituent not containing a metal ion substantially coming [at least one kind of organic acid chosen from the group which consists of water, a silicon dioxide, an oxidizer and a malic acid, a maleic acid, a lactic acid, an acetic acid, a citric acid, a succinic acid, a malonic acid, a glycolic acid, an adipic acid, an ascorbic acid, an itaconic acid iminodiacetate, a glyoxylic acid, a formic acid, an acrylic acid, a crotonic acid, a nicotinic acid, a citraconic acid, and a tartaric acid].
- [Claim 2] The constituent for polish of the memory hard disk according to claim 1 whose content of a metal ion is 500 ppm or less.
- [Claim 3] The constituent for polish of the memory hard disk according to claim 1 or 2 whose silicon dioxide is colloidal silica.
- [Claim 4] The constituent for polish of a memory hard disk given in any 1 term of claims 1-3 which is at least one kind chosen from the group which an oxidizer becomes from a chloric acid, perchloric acid, a sulfuric acid, persulfuric acid, a nitric acid, a fault nitric acid, a hydrogen peroxide, the iodic acid, and periodic acid.
- [Claim 5] The constituent for polish of the memory hard disk according to claim 4 whose oxidizing agent is a hydrogen peroxide.
- [Claim 6] The constituent for polish of a memory hard disk given in any 1 term of claims 1-5 which is at least one kind chosen from the group which an organic acid becomes from a malic acid, a maleic acid, a lactic acid, an itaconic acid, and an acetic acid.
- [Claim 7] The constituent for polish of a memory hard disk given in any 1 term of claims 1-6 whose content of a silicon dioxide is 1 - 40% on the basis of the weight of the constituent for polish.
- [Claim 8] The constituent for polish of a memory hard disk given in any 1 term of claims 1-7 whose content of an oxidizer is 0.1 - 5% on the basis of the weight of the constituent for polish.
- [Claim 9] The constituent for polish of a memory hard disk given in any 1 term of claims 1-8 whose content of an organic acid is 0.01 - 10% on the basis of the weight of the constituent for polish.
- [Claim 10] The constituent for polish of a memory hard disk given in any 1 term of claims 1-9 whose pH of a constituent is less than [2 or more] four.
- [Claim 11] The memory hard disk manufacture approach characterized by surface roughness grinding the nickel-P disk which is less than [Ra=30A] using the constituent for polish of a publication in any 1 term of claims 1-9.
- [Claim 12] The manufacture approach of the memory hard disk characterized by performing a preliminary polish process once at least beforehand, and performing finishing polish using the constituent for polish given [the substrate for memory hard disks whose surface roughness is less than / Ra=15A] in any 1 term of claims 1-9.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the suitable constituent for polish to grind the front face in manufacture of the base for magnetic disks used for stores, such as a memory hard disk, i.e., a computer etc. This invention relates to the constituent for polish applicable to the manufacturing technology for obtaining the especially excellent finish-machining front face about the constituent for polish used for manufacture of the memory hard disk represented by a nickel-P disk, a nickel-Fe disk, a boron carbide disk, the carbon disk, etc. in more detail. Moreover, this invention relates also to the manufacture approach of a memory hard disk useful to the high capacity magnetic disk drive which has high recording density by using the aforementioned constituent for polish.

[0002]

[Description of the Prior Art]

[0003] The memory hard disk used for the magnetic disk drive and it which are the store is also asked for a miniaturization and high capacity-ization, and the surface recording density of a memory hard disk is improving at dozens of a rate for the year as a miniaturization and high-performance-izing of a computer progress in recent years.

[0004] Therefore, the tooth space on the memory hard disk which the recording information of the specified quantity occupies becomes still narrower, and magnetism required for record is becoming weak. For this reason, in the latest magnetic disk drive, the head floatation high which is the clearance between the magnetic head and a memory hard disk which write information needed to be made small, and the current head floatation high has amounted to below 10 microns (about 0.025 micrometers).

[0005] Since the so-called "head crash" occurs and the magnetic medium and the magnetic head of a memory hard disk front face may be damaged when a projection and a wave which exceed fixed magnitude on the memory hard disk front face rotated at a very big rate exist, it is required to generate neither a projection which exceeds fixed magnitude on a memory hard disk front face, nor a wave.

[0006] The base for the memory hard disks used on the other hand present most widely (henceforth a "SAPUSUTO rate") forms non-electrolyzed nickel-P plating to blank material. Blank material is the object which gives display flatness, and it is obtained by operating orthopedically the substrate which consists of construction material of aluminum and others by wrapping processing or other approaches using the PVA grinding stone which hardened engine-lathe processing by diamond turn, and SiC abrasives, and was created.

[0007] The so-called texture processing which the hand of out of the memory hard disk by polish is the object which prevents that the field on a memory hard disk becomes an ununiformity when eye a muscle of the different fixed direction sticks, and generally attaches concentric circular eye a muscle to that the magnetic head sticks to a memory hard disk and a substrate front face at the substrate after polish may be performed. In recent years, in order to make the head floatation high still lower, light texture processing which made thinner eye a muscle give on a substrate is performed, or the substrate of the non texture which does not perform texture processing and does not attach eye a muscle is also used.

[0008] When a scratch which is called a *** scratch which exceeds the fixed depth and die length on a memory hard disk front face, and a pit exists, information may not be written in thoroughly, but poor reading of information lack or information called the so-called "bit omission" may take place, and only the part may become the cause of generating the error of a magnetic disk drive. When manufacturing a memory hard disk about extent of the surface discontinuity of a scratch, a pit, etc. here using the substrate of the above mentioned non texture, even a very shallow thing becomes a problem, but when using the substrate to which texture processing and light texture processing were performed and there are some which cannot be removed by those processings, the above problems may occur.

[0009] Therefore, before forming a polish process, i.e., a magnetic medium, it is very important by stopping the granularity on the front face of a substrate in a process to the minimum to attain high surface smoothness and smooth nature and to suppress a scratch, a pit, a minute projection, and generating of other surface discontinuity.

[0010] Conventionally, as for polish of a substrate, it was common to have been finished by 1 time of the polish process using the constituent for polish containing an aluminum oxide or other various abrasives, water, and various kinds of polish accelerators (henceforth a description / the J a "slurry"). However, it was difficult to be satisfied with 1 time of a polish process of all of removing the surface discontinuity and the wave of the comparatively big projection on the front face of a substrate, a pit, etc., and making surface roughness into min into fixed time amount. Therefore, the polish process which amounts to two or more steps came to be examined.

[0011] When the number of polish processes is two, the main objects of the 1st step of polish are removing the surface discontinuity and the wave of the comparatively big projection on the front face of a substrate, a pit, etc., i.e., raising surface smoothness. Therefore, rather than making surface roughness small, the big constituent for polish of processing correction capacity is required from aforementioned surface discontinuity and an aforementioned wave, without generating the deep scratch which cannot be removed by the 2nd step of finishing polish.

[0012] The object of the 2nd step of polish, i.e., finishing polish, is making surface roughness of a substrate into min. Therefore, surface roughness is rather made smaller than processing correction capacity is large to big surface discontinuity and a big wave which are required by the 1st step of polish, the new product for polish can raise smooth nature, and it is important for it that a detailed scratch and a detailed pit, a minute projection, or generating of other surface discontinuity can be prevented. Furthermore, it is important that the viewpoint of productivity to a polish rate is also large. In addition, extent of surface roughness is determined according to the conditions of the final stage of the process.

[0013] Moreover, in recent years, various amelioration has been made in processing of the blank material by the PVA grinding stone for a ** EKOSUTO outback. It considers making surface roughness of plank material small and making quality, such as surface roughness of the plating substrate before polish, and a wave, into the level after the 1st step of polish in the former by these amelioration. If such processing is performed, the 1st step of processing will become unnecessary and it will also become possible to process only the so-called finishing polish.

[0014] For the aforementioned object, especially in finishing polish, an aluminum oxide or other abrasives were ground thoroughly, it prepared to suitable particle diameter, and polish of a substrate has been performed to what added water to this using the constituent for polish containing the constituent for polish which added an aluminium nitrate, various kinds of organic acids, and other polish accelerators, and was prepared or colloidal silica, and water.

[0015] However, when the former constituent for polish was used, there was room of amelioration in the field of a minute projection or generating of a detailed pit. Moreover, when the latter constituent for polish was used, a roll-off, dub-off, etc. which are the index of sagging of a polish rate and a substrate end face had the room of amelioration at the point of washing after polish further.

[0016] That the aforementioned problem should be solved to JP.1-246088,A. The colloidal silica solution which adjusted pH to eight or less by the organic acid is used as an abrasive material. The mirror finish approach of the aluminum alloy substrate characterized by grinding simultaneously one side or both sides of an aluminum alloy substrate again to JP.2-185365,A. The polish approach ground using the colloidal silica solution which adjusted pH to eight or less by the organic acid is indicated about the aluminum alloy disk with which the remainder consists of aluminum and an unescapable impurity including Mg and Mn.

[0017] Furthermore, it is the constituent for polish of the memory hard disk which comes to contain abrasives and water, and the constituent for polish of the memory hard disk characterized by coming to contain the iron compound further dissolved in this constituent is indicated by JP.10-204416,A. If this constituent for polish is used, a polish rate is large and surface roughness can obtain a small substrate.

[0018] Moreover, the manufacture approach of the magnetic-disk substrate characterized by grinding using the colloid abrasive material which contained the trivalent iron ion of 0.01 or more mol/l as a salt, and contained the silica particle with a particle size of 0.5 micrometers or less is indicated by JP.11-167711,A.

[0019] Furthermore, including the solution layer, the abrasive material, and the kind containing the ligand of the element contained in this front face, this ligand has combined with the ion of many elements, or an atom, and the slurry for surface polish characterized by the powerful enough thing that this association removes the adsorbed ion or atom of many elements from this front face is indicated by JP.2000-42904,A.

[0020] However, it was difficult to fulfill simultaneously control of sufficient polish rate and a scratch, the corrosion of a grinder and prevention of breakage, and all sufficient quality of a polished surface as a result of examination by this invention person.

[0021]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention can solve many aforementioned problems, i.e., a polish rate for which the conventional constituent for polish was asked controls generating of a scratch greatly, and is offering the constituent for polish which can make surface roughness small.

[0022]

[Means for Solving the Problem] This invention is the constituent for polish of the memory hard disk for solving said technical problem. Water, a silicon dioxide, an oxidizer and a malic acid, a maleic acid, a lactic acid, an acetic acid, a citric acid, a succinic acid, a malonic acid, a glycolic acid, an adipic acid, An ascorbic acid, an itaconic acid, an iminodiacetic acid, a glyoxylic acid, a formic acid, Coming [at least one kind of organic acid chosen from the group which consists of an acetoic acid, a crotonic acid, a nicotinic acid, a citraconic acid, and a tartaric acid], pH of a constituent is less than [1 or more] seven, and it is characterized by a constituent not containing a metal ion substantially.

[0023] Moreover, the memory hard disk manufacture approach of this invention is characterized by surface roughness grinding the nickel-P disk which is less than [Re=30A] using said constituent for polish.

[0024] Furthermore, the memory hard disk manufacture approach of this invention is beforehand characterized by performing a preliminary polish process and performing finishing polish for the SAPUSUTO rate for memory hard disks whose surface roughness is less than [Re=15A] using said constituent for polish once at least.

[0025] And as for the constituent for polish of the memory hard disk of this invention, it is possible for a polish rate to control generating of a scratch greatly, and it can make surface roughness small.

[0026] Moreover, according to the memory hard disk manufacture approach of this invention, a polish rate is able to control generating of a scratch greatly, and surface roughness can obtain a small memory hard disk.

[0027]

[Detailed Description of the Invention] Although any water of industrial water, a city water, ion exchange water, and distilled water is usable to it if the metal ion is not substantially contained in the constituent for polish by water this invention, it is desirable to use what ***a(c) the ion exchange water which does not contain a metal ion substantially, and removed the foreign matter. Although it is also possible to the constituent for polish by this invention to use the water containing a metal ion, it is required for it from the constituent for polish final in that case a suitable means, for example, the ion exchange, and to remove a metal ion as be alike.

[0028] In addition, in this invention, a "metal" means the element of IA group, an IIA group, an IB-VIIB group, and a VIII group.

[0029] The constituent for polish by abrasives this invention is characterized by including a silicon dioxide as abrasives. Although that from which colloidal silica, fumed silica, and other manufacturing methods and description differ recognizes variety existence at a silicon dioxide, it is desirable that it is colloidal silica.

[0030] There is an approach of carrying out particle growth of the ultrafine particle colloidal silica which carried out the ion exchange of a sodium silicate or the potassium silicate, for example as an approach of manufacturing colloidal silica, an approach of hydrolyzing alkoxysilane with an acid or alkali, or the approach of decomposing an organic silicon compound thermally with wet.

[0031] Moreover, it is able for addition of an acid and/or alkali or the ion exchange to adjust pH for the colloidal silica marketed, and for colloidal silica to enable it for high concentration to also maintain a colloidal state. Furthermore, although there is a thing of the high grade which there are [high grade] a mono dispersion thing and a thing which some particles join together and has a meeting ratio in the colloidal silica marketed, and reduced the content of a metal impurity etc., any above-mentioned colloidal silica can be used for the constituent for polish by this invention.

[0032] The particle size of a silicon dioxide influences the quality of a polish rate or a polished surface. sufficient polish rate is maintained, surface roughness of a polished surface is made small enough, and the particle size of a silicon dioxide is the mean particle diameter called for from the specific surface area measured with the BET method.

viewpoint of maintaining sufficient polish rate and maintaining the homogeneity dispersibility of a constituent and moderate viscosity to a silicon dioxide is 1 ~ 20% preferably 1 to 40% to the total weight of the constituent for polish.

[0034] It is characterized by a polish accelerator and the constituent for polish by this invention containing an oxidizer. This oxidizer acts as a polish accelerator by using it together with an above-mentioned organic acid. As for an oxidizer, in this invention, it is desirable that it is what does not contain a metal ion. It is desirable that it is at least one kind chosen from a chloric acid, perchloric acid, a sulfuric acid, persulfuric acid, a nitric acid, a fault nitric acid, a hydrogen peroxide, the iodic acid, and periodic acid as such an oxidizer, and it is desirable that it is especially a hydrogen peroxide. Although the oxidizer may contain the metal ion, it is required from the constituent for polish final in this case a suitable means, for example, the ion exchange, and to remove a metal ion as be alike.

[0035] The content of the oxidizer in the constituent for polish by this invention changes with the classes. However, generally the content of the viewpoint of making effectiveness [KEMIKARU / oxidizing agent] discovering enough, and maintaining sufficient polish rate, and preventing generating of a scratch to an oxidizing agent is 0.1% or more to the total weight of the constituent for polish, on the other hand, if a certain fixed content is exceeded, the content of an oxidizer will come out from a viewpoint of preventing the deformation or the burst of a storage container resulting from the oxygen generated by the viewpoint of the profitability in which the polish rate amelioration accompanying the increment in an oxidizer is no longer obtained, and disassembly of a superfluous oxidizer, 3% or less preferably 5% or less to the total weight of the constituent for polish.

[0036] Moreover, the constituent for polish by this invention is characterized by including at least one kind of organic acid chosen from the group which consists of a malic acid, a maleic acid, a lactic acid, an acetic acid, a citric acid, a succinic acid, a malonic acid, a glycolic acid, an adipic acid, an ASUKARUPIN acid, an itaconic acid, limonadacetate, a glyoxylic acid, a formic acid, an acrylic acid, a crotonic acid, a nicotinic acid, a citraconic acid, and a tartaric acid. As for these organic acids, it is desirable by using it together with the above-mentioned oxidizer that it is at least one kind chosen from the group which acts as a polish accelerator and consists of a maleic acid, a maleic acid, a lactic acid, an itaconic acid, and an acetic acid especially. In addition, the organic-acid salt containing a metal ion may make the silicon dioxide which is abrasives condense, and the floc may cause scratch generating.

[0037] In addition, the content of the organic acid in the constituent for polish by this invention changes with the classes. However, generally the content of the viewpoint of making effectiveness [KEMIKARU / organic acid] fully discovering, maintaining sufficient polish rate, and controlling generating of a scratch, and the viewpoint of profitability to an organic acid is 0.1 ~ 5% preferably 0.01 to 10% to the total weight of the constituent for polish.

[0038] Moreover, in case the above-mentioned constituent for polish is prepared, according to the object which attains quality maintenance and stabilization of a product, the class of workpiece, processing conditions, and the need on other polish processes, various kinds of well-known additives may be added further.

[0039] Generally, a silicon dioxide, an oxidizer, and an organic acid are mixed in water, it is distributed, and the constituent for polish by constituent this invention for polish is prepared by dissolving other additives if needed further. The method of distributing or dissolving these components in water is arbitrary, for example, it agitates with a wing formula agitator, or it is distributed by ultrasonic distribution. Moreover, the addition sequence of these components is arbitrary, and first, you may distribute and dissolve and it may perform any simultaneously.

[0040] Although pH of the constituent for polish is changed by addition of various kinds of auxiliary additives, the constituent for polish by this invention needs to make pH less than [1 or more] seven, in order to make the effectiveness of this invention discover. Furthermore, it is more desirable to make pH less than [2 or more] into four. The effectiveness of corrosion prevention, such as polish rate sufficient by making pH of a constituent into this range and a grinder, can be acquired. Therefore, when pH of the constituent for polish is less than 1, or to be seven or more, addition of alkali or an acid needs to adjust pH. Also in this case, it is desirable that shall use the alkali and the acid which do not contain a metal ion and the metal ion of the final constituent for polish shall not be included substantially. When the metal ion is contained in the raw material, it is required to remove a metal ion from the constituent for polish with a suitable means.

[0041] The constituent for polish by this invention does not contain a metal ion substantially. If a metal ion is not contained substantially, it means approving that the metal ion of the amount which does not spoil the effectiveness of the invention in this application exists. Specifically, generally, 500 ppm or less of 50 ppm or less of contents of the metal ion of the constituent for polish by this invention come out preferably.

[0042] Moreover, in order to prevent an oxidizer decomposing on the occasion of storage of the constituent for polish by this invention, the constituent for polish may be kept in the condition of having divided into two or the constituent beyond it. In case the slurry containing abrasives, an organic acid, and water is prepared and saved as a high-concentration undiluted solution as an example and just before polish or its undiluted solution is diluted, although how to dissolve an oxidizer and to obtain the constituent for polish of a predetermined presentation can be considered, if such an approach is used, prolonged preservation will be comparatively attained by high concentration.

[0043] The constituent for polish by this invention can carry out preparation, storage, or transport as a comparatively high-concentration undiluted solution, and it can also be diluted and used for it at the time of actual polish processing. It cannot be overemphasized that it becomes a more high-concentration solution in the condition of indicating the density range with the various above-mentioned desirable components as a thing at the time of actual polish processing, and taking such operation and of being case, stored or conveyed. Furthermore, it is desirable that the constituent for polish is manufactured with such a condensed gestalt from a viewpoint of the ease of dealing with it.

[0044] In addition, although the detailed device about the reason which can control generating of a scratch while the constituent for polish by this invention has small surface roughness in polish of a substrate and a polish rate is large is not understood clearly, if the substrate which carried out nickel-P plating is mentioned as an example, it will guess as follows.

[0045] First, while a nickel-P plating front face is etched by operation [KEMIKARU / organic acid], the mechanical work by the detailed silicon-dioxide particle works at the place which oxidized according to an operation [KEMIKARU / oxidizer] and became weak, it is a small unit and the reason why surface roughness is small and why a polish rate is large is considered because a nickel-P front face is removed easily.

[0046] Moreover, since the constituent for polish by this invention does not contain a metal ion, the reason which can control generating of a scratch is considered for not promoting condensation of the silicon dioxide which is abrasives.

[0047] The memory hard disk manufacture approach by manufacturing method this invention of a memory hard disk includes grinding a memory hard disk using the above mentioned constituent for polish.

[0048] There are for example, a nickel-P disk, a nickel-Fe disk, a boron carbide disk, a carbon disk, etc. in the substrate of the memory hard disk used as the object for polish. It is [among these] suitable for especially a nickel-P disk.

nonwoven fabric type, a hair transplantation cloth type, a pileorection type, etc. can be used for a scouring pad.

[0051] Moreover, the constituent for polish by this invention has small surface roughness, and although surface roughness can also grind in one step to the substrate adjusted to less than [Ra=30A] since generating of a scratch can be controlled while a polish rate is large, it is also possible to perform a polish process in two or more steps where conditions differed. When a polish process is performed in two or more steps, it is desirable to grind the polish process using the above mentioned constituent for polish using the constituent for polish by this invention to considering as the last polish process, i.e., the substrate by which preliminary polish was carried out. Furthermore, in order to perform more efficiently polish by the constituent for polish by this invention, as for the surface roughness of the substrate by which preliminary polish was carried out, in the measuring method which used the optical surface roughness meter, being adjusted to less than [Ra=15A] is more desirable.

[0052] The following is concretely explained using an example about the manufacture approach of the constituent for polish by this invention, and a memory hard disk. In addition, this invention is not limited to the configuration of many examples explained below, unless the summary is exceeded.

[0053] To preparation **** of the constituent for polish, and ion exchange water, it added and colloidal silica (primary particle diameter: 0.035 micrometers), the oxidizer, and the organic acid were mixed as indicated by the table 1, respectively, and the sample of examples 1-32 and the examples 1-13 of a comparison was prepared. Although the hydrogen peroxide used the hydrogen peroxide solution of concentration 31%, the content indicated to a table 1 is a value as a hydrogen peroxide. In addition, pH of each sample was as being shown in a table 1.

[0054] The substrate was created in order to perform assessment by two-step polish using the sample of the creation above of the substrate for a polish trial. The polish conditions were as follows.

[0055]

Polish conditions (the 1st step) Grinder : Double-sided grinder Workpiece : 3.5" radio solution nickel-P substrate Polish number of sheets : (two sheet / carrier) x5 carrier x2 batch = 20 sheets Constituent for polish : DISKRITE-A3510 (Fujimi Make).

The constituent dilution ratio for polish: 1:2 ion exchange water (Fujimi Make) The constituent amount of supply for polish: A part for 100 cc/ Scouring pad : Surfin 018-3

Processing pressure force : 80 g/cm² Lower lapping plate rotational frequency : 60rpm Polish time amount : 5 minutes [0056]

The polish trial was performed using the sample of a polish trial next the above-mentioned examples 1-32, and the examples 1-13 of a comparison, and the substrate [finishing / the 1st step polish]. The polish conditions were as follows. In addition, the surface roughness (Ra) of a substrate indicated the value measured using the optical surface roughness meter MicroXam [X50] (product made from U.S. Phase Shift).

[0057]

Polish conditions Grinder : Double-sided grinder Workpiece : 3.5" radio solution nickel-P substrate (finishing [one step polish] surface roughness:Ra= 12A)

Polish number of sheets : (two sheet / carrier)x5 carrier x2 batch = 20 sheet Scouring-pad : BELLATRIX N0058 (Kanebo, Ltd. make))

Processing pressure force : 100 g/cm² Lower lapping plate rotational frequency : 40rpm The constituent dilution ratio for polish:

Undiluted solution The constituent amount of supply for polish: A part for 50 cc/ Polish time amount : 10 minutes [0058] After polish, after sequential-washing the substrate and drying, the decrease of weight of the substrate by polish was measured.

Measurement was performed about all 20 ground sheets, and the polish rate was found from the average. The valuation basis is as follows.

○ Less than [less than / more than more than 0.1 micrometer/min 0.05 micrometer/min 0.01 micrometer/min / X:0.05 micrometer/min] [0059] Next, in the dark room, under the spotlight (Yamada optical industrial incorporated company make, 500,000 lux), observation and the number of scratches were counted for the table rear face of all the substrates after polish, and it asked for the number of scratches per field from the average visually. It was as follows [valuation basis] as the assessment result about or more less than 20 X:ten or more 20 [page //page //page / less than 0:10//page / ○] polish rate and the generating situation of a scratch being shown in a table 1.

[0060]

[A table 1]

例	番号	コロイダル シリカ含有 量 (wt%)	有機酸		酸化剤	含有量 (wt%)	pH	研磨速度	スクラッチ
			種類	含有量 (wt%)	種類	含有量 (wt%)			
例	1	1.3	リン酸	0.5	過酸化水素	1.5	2.4	○	○
例	2	4.5	リン酸	0.5	過酸化水素	1.5	2.9	○	○
例	3	5.8	リン酸	0.5	過酸化水素	1.5	3.0	○	○
例	4	4.5	リン酸	0.5	過酸化水素	1.5	2.5	○	○
例	5	4.5	リン酸	0.5	過酸化水素	1.5	2.9	○	○
例	6	4.5	リン酸	0.5	過酸化水素	1.5	2.9	○	○
例	7	4.5	マリン酸	0.25	過酸化水素	1.5	2.3	○	○
例	8	4.5	マリン酸	0.5	過酸化水素	1.5	2.1	○	○
例	9	8.3	マリン酸	0.25	過酸化水素	1.5	2.7	○	○
例	10	4.5	リン酸	1.0	過酸化水素	1.5	2.8	○	○
例	11	8.3	リン酸	1.0	過酸化水素	1.5	2.8	○	○
例	12	4.5	リン酸	0.5	過酸化水素	1.5	3.0	○	○
例	13	4.5	リン酸	1.0	過酸化水素	0.2	2.7	○	○
例	14	4.5	リン酸	1.0	過酸化水素	1.5	3.3	○	○
例	15	8.3	リン酸	1.0	過酸化水素	1.5	3.4	○	○
例	16	4.5	リン酸	0.5	過酸化水素	1.5	3.0	○	○
例	17	4.5	リン酸	1.0	過酸化水素	0.2	3.3	○	○
例	18	4.5	クエン酸	1.0	過酸化水素	0.3	2.9	○	○
例	19	4.5	クエン酸	1.0	過酸化水素	1.5	3.5	○	○
例	20	8.3	クエン酸	1.0	過酸化水素	1.5	2.6	○	○
例	21	4.5	コハク酸	1.0	過酸化水素	1.5	3.0	○	○
例	22	4.5	マロン酸	1.0	過酸化水素	1.5	2.1	○	○
例	23	4.5	クマール酸	1.0	過酸化水素	1.5	2.6	○	○
例	24	4.5	クマール酸	1.0	過酸化水素	1.5	2.3	○	○
例	25	4.5	アスコルビン酸	1.0	過酸化水素	1.5	2.3	○	○
例	26	4.5	イタコン酸	1.0	過酸化水素	1.5	2.8	○	○
例	27	4.5	イミダジリル酸	1.0	過酸化水素	1.5	2.5	○	○
例	28	4.5	クワテリル酸	1.0	過酸化水素	1.5	2.6	○	○
例	29	4.5	アクリル酸	1.0	過酸化水素	1.5	2.8	○	○
例	30	4.5	アクリル酸	1.0	過酸化水素	1.5	2.1	○	○
例	31	4.5	クロトン酸	1.0	過酸化水素	1.5	3.5	○	○
例	32	2.2	クロトン酸	1.0	過酸化水素	1.5	3.5	○	○

[A table 2]

	コロイダルシリカ含有量 (wt%)	有機酸		酸化剤		pH	研磨速度	スクラッチ
		種類	含有量 (wt%)	種類	含有量 (wt%)			
比較例 1	4.5	リンゴ酸	1.0	—	—	—	×	×
比較例 2	4.5	マレイン酸	1.0	—	—	—	×	×
比較例 3	4.5	乳酸	1.0	—	—	—	×	×
比較例 4	4.5	酢酸	1.0	—	—	—	×	×
比較例 5	4.5	グルタミン酸	1.0	過酸化水素	1.6	7.9	×	×
比較例 6	4.5	リンゴ酸	1.0	過酸化水素	2.0	2.5	○	×
比較例 7	4.5	リンゴ酸	1.0	過酸化水素	2.0	2.5	○	×
比較例 8	4.5	リンゴ酸ナトリウム	1.0	過酸化水素	1.6	8.0	×	×
比較例 9	4.5	マレイン酸ナトリウム	1.0	過酸化水素	1.6	8.8	×	×
比較例 10	13.9	硝酸鉄 (III)	3.0	—	—	2.0	○	×
比較例 11	13.9	硝酸鉄 (III)	3.0	過酸化水素	1.6	2.0	○	×
比較例 12	4.5	ケエン酸鉄アンモニウム (III)	1.0	—	—	1.5	×	×
比較例 13	4.5	ケエン酸鉄アンモニウム (III)	1.0	過酸化水素	1.6	6.3	○	×

[0062] The result of the examples 1-32 of a table 1 shows that a polish rate with the big constituent for polish by this invention is obtained. Moreover, the constituent for polish by this invention was understood that it is possible to demonstrate the high polish engine performance from the result of examples 1-32 and the examples 1-4 of a comparison.

[0063] From the result of examples 1-32 and the examples 5, 12, and 13 of a comparison, furthermore, a malic acid, A malic acid, a lactic acid, an acetic acid, a citric acid, a succinic acid, a malonic acid, a glycolic acid, An adipic acid, an ASUKORUPIN acid, an itaconic acid, iminodiacetate, a glyoxylic acid, The constituent for polish by this invention containing at least one kind of organic acid chosen from the group which consists of a formic acid, an acrylic acid, a crotonic acid, and a nicotinic acid As compared with the constituent containing the ferric ammonium citrate (III) which is iron salt of the glutamic acid which is organic acids other than these, and an organic acid, it turns out that generating of a scratch can be prevented.

[0064] Moreover, the result of an example 4 and the examples 6 and 7 of a comparison shows that a polish rate is large and the constituent for polish by this invention can prevent generating of a scratch as compared with the constituent containing the potassium chlorate which is an oxidizer containing a metal ion, or potassium persulfate.

[0065] Furthermore, the result of examples 1-9 and the examples 8 and 9 of a comparison shows that a polish rate is large and the constituent for polish by this invention containing an organic acid can prevent generating of a scratch as compared with the constituent containing an organic-acid salt.

[0066] And the result of examples 1-26 and the examples 10-13 of a comparison shows that the constituent for polish by this invention can prevent generating of a scratch as compared with the constituent containing the conventional iron compound, and the constituent which contains an oxidizing agent further.

[0067] In addition, surface roughness was not the level which poses a problem small [the substrate ground by which sample of examples 1-32 and the examples 1-13 of a comparison].

[0068] As mentioned above, it turned out that it is possible for a polish rate to control generating of a scratch greatly as for the constituent for polish by this invention, and surface roughness can be made small, and a big polish rate is brought about.

[0069]

[Effect of the Invention] As mentioned above, a polish rate can control generating of a scratch greatly, and the constituent for polish by this invention can bring about a big polish rate while becoming possible to make surface roughness small.

[0070] Moreover, by using the constituent for polish by this invention, a polish rate can control generating of a scratch greatly, it is possible to make surface roughness small and the substrate for memory hard disks which has the outstanding processing front face can be manufactured efficiently.

[0071] Furthermore, the substrate for memory hard disks which has outstanding finishing ***** can be beforehand manufactured once at least by performing a preliminary polish process and performing finishing polish using the constituent for polish according the substrate for memory hard disks whose surface roughness before finishing polish is less than [Ra=30Å] to this invention.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-294225

(P2002-294225A)

(43) 公開日 平成14年10月9日 (2002.10.9)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	チーフド* (参考)
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 Z 3 C 0 5 8
B 2 4 B 37/00		B 2 4 B 37/00	H 5 D 1 1 2
G 1 1 B 5/84		G 1 1 B 5/84	A

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2001-96699(P2001-96699)

(22) 出願日 平成13年3月29日 (2001.3.29)

(71) 出願人 000236702

株式会社フジミインコーポレーテッド

愛知県西春日井郡西枇杷島町地盤2丁目1
番地の1

(72) 発明者 安 福 昇

愛知県西春日井郡西枇杷島町地盤2丁目1
番地の1 株式会社フジミインコーポレー
テッド内

(74) 代理人 100075812

弁理士 吉武 賢次 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨用組成物およびそれを用いたメモリーハードディスクの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 研磨速度が大きくスクラッチの発生を抑制することが可能で、表面粗さを小さくすることができる研磨用組成物の提供。

【解決手段】 水、二酸化ケイ素、酸化剤、ならびにリンゴ酸、マレイン酸、乳酸、酢酸、クエン酸、コハク酸、マロン酸、グリコール酸、アジピン酸、アスコルビン酸、イタコン酸、イミノジ酢酸、グリオキシル酸、ギ酸、アクリル酸、クロトン酸、ニコチン酸、シトラコン酸および酒石酸からなる群より選ばれる少なくとも1種類の有機酸を含んでなり、組成物のpHが1以上7未満であり、かつ組成物が実質的に金属イオンを含有しない、メモリーハードディスクの研磨用組成物、およびそれを用いたメモリーハードディスクの製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】水、二酸化ケイ素、酸化剤、ならびにリンゴ酸、マレイン酸、乳酸、酢酸、クエン酸、コハク酸、マロン酸、グリコール酸、アジピン酸、アスコルビン酸、イタコン酸、イミノジ酢酸、グリオキシル酸、ギ酸、アクリル酸、クロトン酸、ニコチン酸、シトラコン酸および酒石酸からなる群より選ばれる少なくとも1種類の有機酸を含んでなり、組成物のpHが1以上7未満であり、かつ組成物が実質的に金属イオンを含有しないことを特徴とするメモリーハードディスク研磨用組成物。

【請求項2】金属イオンの含有量が、500ppm以下である、請求項1に記載のメモリーハードディスクの研磨用組成物。

【請求項3】二酸化ケイ素がコロイダルシリカである、請求項1または2に記載のメモリーハードディスクの研磨用組成物。

【請求項4】酸化剤が、塩素酸、過塩素酸、硫酸、過硫酸、硝酸、過硝酸、過酸化水素、ヨウ素酸および過ヨウ素酸からなる群より選ばれる少なくとも1種類である、請求項1～3のいずれか1項に記載のメモリーハードディスクの研磨用組成物。

【請求項5】酸化剤が、過酸化水素である、請求項4に記載のメモリーハードディスクの研磨用組成物。

【請求項6】有機酸が、リンゴ酸、マレイン酸、乳酸、イタコン酸および酢酸からなる群より選ばれる少なくとも1種類である、請求項1～5のいずれか1項に記載のメモリーハードディスクの研磨用組成物。

【請求項7】二酸化ケイ素の含有量が、研磨用組成物の重量を基準にして1～40%である、請求項1～6のいずれか1項に記載のメモリーハードディスクの研磨用組成物。

【請求項8】酸化剤の含有量が、研磨用組成物の重量を基準にして0.1～5%である、請求項1～7のいずれか1項に記載のメモリーハードディスクの研磨用組成物。

【請求項9】有機酸の含有量が、研磨用組成物の重量を基準にして0.01～10%である、請求項1～8のいずれか1項に記載のメモリーハードディスクの研磨用組成物。

【請求項10】組成物のpHが2以上4未満である、請求項1～9のいずれか1項に記載のメモリーハードディスクの研磨用組成物。

【請求項11】表面粗さが $R_a = 3.0 \text{ \AA}$ 以下であるNi-Pディスクを、請求項1～9のいずれか1項に記載の研磨用組成物を用いて研磨することを特徴とする、メモリーハードディスクの製造方法。

【請求項12】あらかじめ少なくとも一度予備研磨工程が行われ、表面粗さが $R_a = 1.5 \text{ \AA}$ 以下であるメモリーハードディスク用のサブストレートを、請求項1～9の

いずれか1項に記載の研磨用組成物を用いて仕上げ研磨を行うことを特徴とする、メモリーハードディスクの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、メモリーハードディスク、すなわちコンピューターなどの記憶装置に用いられる磁気ディスク用基盤の製造において、その表面を研磨するのに好適な研磨用組成物に関するものである。さらに詳しくは、本発明は、Ni-Pディスク、Ni-Feディスク、ボロンカーバイドディスク、およびカーボンディスクなどに代表されるメモリーハードディスクの製造に用いられる研磨用組成物に関するものである。特に、優れた仕上げ加工表面を得るための製造技術に適用可能な研磨用組成物に関するものである。また、本発明は、前記の研磨用組成物を用いることにより、高記録密度を有する高容量磁気ディスク装置に有用なメモリーハードディスクの製造方法にも関するものである。

【0002】

【従来の技術】

【0003】近年、コンピューターの小型化および高性能化が進むにつれて、その記憶装置である磁気ディスク装置およびそれに用いられるメモリーハードディスクにも小型化および高容量化が求められ、メモリーハードディスクの面記録密度は年に数十%の割合で向上している。

【0004】従って、所定量の記録情報が占めるメモリーハードディスク上のスペースは、ますます狭くなり、記録に必要な磁力は弱くなってきている。このため、最近の磁気ディスク装置では、情報の読み書きを行う磁気ヘッドとメモリーハードディスクの間隙であるヘッド浮上高を小さくする必要があり、現在ヘッド浮上高は10マイクロインチ（約0.25 μm ）以下にまで減っている。

【0005】非常に大きな速度で回転するメモリーハードディスク表面に一定の大きさを越えるような突起物やうねりが存在すると、いわゆる「ヘッドクラッシュ」が発生し、メモリーハードディスク表面の磁性媒体や磁気ヘッドを損傷させてしまうことがあるため、メモリーハードディスク表面に一定の大きさを越えるような突起物やうねりを発生させないことが必要である。

【0006】一方、現在最も広く用いられているメモリーハードディスク用の基盤（以下、「サブストレート」という）は、ブランク材に無電解Ni-Pメッキを成膜したものである。ブランク材とは、平坦度を持たせる目的で、ダイヤターンによる旋盤加工、SiC研磨材を固めて作成されたPVA砥石を用いてラッピング加工もしくは他の方法により、アルミニウムおよびその他の材質からなるサブストレートを整形することによって得られるものである。

【0007】一般に、磁気ヘッドがメモリーハードディスクへ吸着すること、およびサブストレート表面に、研磨によるメモリーハードディスクの回転方向とは異なる一定方向の筋目がつくことにより、メモリーハードディスク上の磁界が不均一になることを防止する目的で、研磨後のサブストレートに同心円状の筋目をつける、いわゆるテクスチャー加工が行われることがある。近年では、ヘッド浮上高をさらに低くするため、サブストレート上に筋す目より薄くしたライトテクスチャー加工が行われたり、あるいは、テクスチャー加工を施さず筋目を付けないノンテクスチャーのサブストレートも用いられるようになっている。

【0008】メモリーハードディスク表面に一定の深さや長さを超えるような傷(スクラッチ)やピットと呼ばれるようなへこみが存在すると、その部分だけ情報が完全に書き込まれず、いわゆる「ピット落ち」と呼ばれる情報欠落や情報の読み取り不良が起こって、磁気ディスク装置のエラーを発生させる原因となることもある。ここでスクラッチやピット等の表面欠陥の程度については、前記したノンテクスチャーのサブストレートを使用しメモリーハードディスクを製造する場合はごく浅いものさえ問題になるが、テクスチャー加工やライトテクスチャー加工が施されたサブストレートを使用する場合でも、それらの加工で除去しきれないようなものがあると、上述のような問題が発生することがある。

【0009】従って、研磨工程、すなわち磁性媒体を形成する前工程において、サブストレート表面の粗さを最小限に抑えることにより高い平坦性と平滑性を達成し、スクラッチ、ピット、微小突起およびその他の表面欠陥の発生を抑えることが極めて重要である。

【0010】従来、サブストレートの研磨は、酸化アルミニウムもしくは他の各種研磨材、水および各種の研磨促進剤を含む研磨用組成物(以下、その性状から「スラリー」という)を用いて、1回の研磨工程によって仕上げられることが一般的であった。しかし、1回の研磨工程では、サブストレート表面の比較的大きな突起やピットなどの表面欠陥およびうねりを除去し、かつ一定時間内に表面粗さを最小にするためのすべてを満足することは困難であった。従って、2段階以上におよぶ研磨プロセスが検討されるようになった。

【0011】研磨工程が2段階である場合、1段目の研磨の主目的は、サブストレート表面の比較的大きな突起やピットなどの表面欠陥およびうねりを除去すること、すなわち平坦性を高めることである。従って、表面粗さを小さくすることよりは、むしろ、2段目の仕上げ研磨で除去できないような深いスクラッチを発生させずに、前記の表面欠陥やうねりに対して加工修正能力の大きな研磨用組成物が要求される。

【0012】2段目の研磨、すなわち仕上げ研磨の目的は、サブストレートの表面粗さを最小にすることであ

る。従って、その研磨用新組成物は、1段目の研磨で要求されるような大きな表面欠陥やうねりに対して加工修正能力が大きいくとも、むしろ、表面粗さを小さくし平滑性を高めることが可能で、微細なスクラッチやピット、微小突起あるいは他の表面欠陥の発生を防止できることが重要である。さらには、生産性の観点から、研磨速度が大きいことも重要である。なお、表面粗さの程度は、サブストレートの製造工程、メモリーハードディスクとしての最終的な記録容量およびその他の条件に応じて決定される。従って、求められる表面粗さの程度に応じて、2段階以上の研磨工程が採用されることもある。

【0013】また近年では、加工コスト削減のため、PVA砥石によるブランク材の加工においていろいろな改良がなされてきた。これらの改良により、ブランク材の表面粗さを小さくし、研磨前のメッキ基板の表面粗さやうねり等の品質を、従来における1段目の研磨後のレベルにすることが考えられている。そのような加工が行われれば、1段目の加工は不要となり、いわゆる仕上げ研磨のみの加工を行うことも可能になる。

【0014】前記の目的のため、特に仕上げ研磨において、酸化アルミニウム、または他の研磨材を徹底的に粉砕して適切な粒子径に整え、これに水を加えたものに、硝酸アルミニウムや各種の有機酸およびその他の研磨促進剤を加えて調製された研磨用組成物、あるいはコロイダルシリカおよび水を含有する研磨用組成物を用いてサブストレートの研磨が行われてきた。

【0015】しかし、前者の研磨用組成物を使用した場合、微小突起や微細なピットの発生の面で改良の余地があった。また、後者の研磨用組成物を使用した場合には、研磨速度、サブストレート端面のダレの指標であるロールオフやダブオフなど、さらには研磨後の洗浄の面で改良の余地があった。

【0016】前記の問題を解決すべく、特開平1-246068号公報には、有機酸によりpHを8以下に調整したコロイダルシリカ溶液を研磨剤として用い、アルミニウム合金基板の片面或いは両面を同時に研磨することを特徴とするアルミニウム合金基板の鏡面仕上げ方法が、また特開平2-185365号公報には、MgおよびMnを含み、残部がAl及び不可避の不純物からなるアルミニウム合金円板につき、有機酸によりpHを8以下に調整したコロイダルシリカ溶液を用いて研磨する研磨方法が開示されている。

【0017】さらに、特開平10-204416号公報には、研磨材、水を含んだメモリーハードディスクの研磨用組成物であって、さらにこの組成物中に溶存している鉄化合物を含んだことを特徴とする、メモリーハードディスクの研磨用組成物が開示されている。この研磨用組成物を用いては、研磨速度が大きく、表面粗さが小さいサブストレートを得ることができる。

【0018】また、特開平11-167711号公報には、0.01mol/l以上の三価の鉄イオンを塩として含有しかつ粒径0.5μm以下のシリカ粒子を含有したコロイド状研磨剤を用いて研磨することを特徴とする磁気ディスク基板の製造方法が開示されている。

【0019】さらに、特開2000-42904号公報には、液層と、研磨剤と、該液層内に含まれる元素のリガンドを含む種とを含み、該リガンドは、諸元素のイオンまたは原子と結合しており、該結合は、該表面から、諸元素の吸着されたイオンまたは原子を除去するのに、十分強力であることを特徴とする、表面研磨用のスラリーが開示されている。

【0020】しかし、本発明者による検討の結果、十分な研磨速度、スクラッチの抑制、研磨機の腐食および損傷の防止、研磨面の十分な品質のすべてを同時に満たすことは困難であった。

【0021】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、前記諸問題を解決すること、すなわち従来の研磨用組成物に求められていたような、研磨速度が大きくスクラッチの発生を抑制することが可能で、表面粗さを小さくすることができると研磨用組成物を提供することである。

【0022】

【課題を解決するための手段】本発明は、前記課題を解決するためのメモリーハードディスクの研磨用組成物であって、水、二酸化ケイ素、酸化剤、ならびにリンゴ酸、マレイン酸、乳酸、酢酸、クエン酸、コハク酸、マロン酸、グリコール酸、アジピン酸、アスコルビン酸、イタコン酸、イミノ酢酸、グリオキシル酸、ギ酸、アクリル酸、クロトン酸、ニコチン酸、シトラコン酸および酒石酸からなる群より選ばれる少なくとも1種類の有機酸を含んでなり、組成物のpHが1以上7未満であり、かつ組成物が実質的に金属イオンを含有しないことを特徴とするものである。

【0023】また、本発明のメモリーハードディスク製造方法は、あらかじめ少なくとも一度、予備研磨工程が行われ、表面粗さがRa=15Å以下であるメモリーハードディスク用のサブストレートを、前記研磨用組成物を用いて仕上げ研磨を行うことを特徴とするものである。

【0024】さらに、本発明のメモリーハードディスク製造方法は、あらかじめ少なくとも一度、予備研磨工程が行われ、表面粗さがRa=15Å以下であるメモリーハードディスク用のサブストレートを、前記研磨用組成物を用いて仕上げ研磨を行うことを特徴とするものである。

【0025】そして、本発明のメモリーハードディスクの研磨用組成物は、研磨速度が大きくスクラッチの発生を抑制することが可能で、表面粗さを小さくすることができる。

【0026】また、本発明のメモリーハードディスク製造方法によれば、研磨速度が大きくスクラッチの発生を

抑制することが可能で、表面粗さが小さいメモリーハードディスクを得ることができる。

【0027】

【発明の具体的説明】本

本発明による研磨用組成物には、実質的に金属イオンを含有していないものであれば、二水、市水、イオン交換水および蒸留水のいずれの水も使用可能であるが、金属イオンを実質的に含有しないイオン交換水を通過し、異物を除去したものを使用することが好ましい。本発明による研磨用組成物には、金属イオンを含む水を使用することも可能であるが、その場合には最終的な研磨用組成物から適当な手段、例えばイオン交換、によって金属イオンを除去することが必要である。

【0028】なお、本発明において、「金属」とはIA族、IIA族、IIB族、IIB族、およびVII族の元素をいう。

【0029】研磨材

本発明による研磨用組成物は、研磨材として二酸化ケイ素を含むことを特徴とする。二酸化ケイ素には、コロイドシリカ、フュームドシリカ、およびその他の製造法や性状の異なるものが多種存在するが、コロイドシリカであることが好ましい。

【0030】コロイドシリカを製造する方法としては、例えばケイ酸ナトリウムまたはケイ酸カリウムをイオン交換した超微粒子コロイドシリカを粒子成長させる方法、アルコキシシランを酸またはアルカリで加水分解する方法、あるいは有機ケイ素化合物を湿式にて加熱分解する方法がある。

【0031】また、市販されているコロイドシリカを酸および/またはアルカリの添加、もしくはイオン交換によってpHを調整し、コロイドシリカが高濃度でもコロイド状態を維持できるようにすることが可能である。さらに、市販されているコロイドシリカには、単分散のもの、いくつかの粒子が結合し会合を有するものがあり、また金属不純物等の含有量を低減させた高純度のものがあるが、本発明による研磨用組成物には、上記のいずれのコロイドシリカも使用することができる。

【0032】二酸化ケイ素の粒径は、研磨速度や研磨面の品質に影響する。十分な研磨速度を維持し、研磨面の表面粗さを十分に小さくし、スクラッチの発生を最小限に抑えるという観点から、二酸化ケイ素の粒径はBET法により測定した比表面積から求められる平均粒子径で、一般に0.005~0.2μm、好ましくは0.01~0.1μmである。

【0033】二酸化ケイ素の含有量は、用いられる二酸化ケイ素の種類によっても異なる。ただし、十分な研磨速度を維持し、かつ組成物の均一分散性と適度な粘度を維持するという観点から、二酸化ケイ素の含有量は、研磨用組成物の全重量に対して一般に1~40%、好まし

くは1~20%である。

【0034】 研磨促進剤

また、本発明による研磨用組成物は酸化剤を含むことを特徴とする。この酸化剤は、上述の有機酸と合わせて使用することにより研磨促進剤として作用するものである。本発明において、酸化剤は金属イオンを含有しないものであることが好ましい。このような酸化剤としては、塩素酸、過塩素酸、硫酸、過硫酸、硝酸、過硝酸、過酸化水素、ヨウ素酸および過ヨウ素酸から選ばれる少なくとも1種類であることが好ましく、特に過酸化水素であることが好ましい。酸化剤が金属イオンを含有していてもよいが、この場合には最終的な研磨用組成物から適当な手段、例えばイオン交換、によって金属イオンを除去することが必要である。

【0035】本発明による研磨用組成物における酸化剤の含有量は、その種類により異なる。ただし、酸化剤のケミカルな効果を十分発現させて十分な研磨速度を維持し、かつスクラッチの発生を防止するという観点から、酸化剤の含有量は研磨用組成物の全重量に対して、一般的に0.1%以上である。一方、ある一定の含有量を超えると、酸化剤の増加に伴う研磨速度改良が得られなくなるという経済性の観点、および過剰な酸化剤の分解によって発生する酸素に起因する、貯蔵容器の変形もしくは破裂を防止するという観点から、酸化剤の含有量は研磨用組成物の全重量に対して、5%以下、好ましくは3%以下、である。

【0036】また、本発明による研磨用組成物は、リンゴ酸、マレイン酸、乳酸、酢酸、クエン酸、コハク酸、マロン酸、グリコール酸、アジピン酸、アスコルビン酸、イタコン酸、イミジ酢酸、グリオキシル酸、ギ酸、アクリル酸、クロトン酸、ニコチン酸、シトラコン酸および酒石酸からなる群より選ばれる少なくとも1種類の有機酸を含むことを特徴とする。これらの有機酸は、前述の酸化剤と合わせて使用することにより研磨促進剤として作用するものであり、特にリンゴ酸、マレイン酸、乳酸、イタコン酸および酢酸からなる群より選ばれる少なくとも1種類であることが好ましい。なお、金属イオンを含有する有機酸塩は、研磨材である二酸化ケイ素を凝集させ、その凝集粒子がスクラッチ発生の原因となることがある。

【0037】なお、本発明による研磨用組成物における有機酸の含有量は、その種類により異なる。ただし、有機酸のケミカルな効果を十分に発現させ、十分な研磨速度を維持し、スクラッチの発生を抑制するという観点、および経済性の観点から、有機酸の含有量は研磨用組成物の全重量に対して、一般的には0.01~10%、好ましくは0.1~5%である。

【0038】また、上記の研磨用組成物を調製する際、製品の品質保持や安定化を図る目的、被加工物の種類、加工条件およびその他の研磨加工上の必要性に応じて、

各種の公知の添加剤をさらに加えてもよい。

【0039】 研磨用組成物

本発明による研磨用組成物は、一般に、水に、二酸化ケイ素、酸化剤および有機酸を混合し、分散させ、さらに必要に応じてその他の添加剤を溶解させることにより調製する。これら成分を水に分散または溶解させる方法は任意であり、例えば、翼式攪拌機で攪拌したり、超音波分散により分散させる。また、これら成分の添加順序は任意であり、いずれを先に分散、溶解しても良く、また同時に行っても良い。

【0040】本発明による研磨用組成物は、各種の補助添加剤の添加により研磨用組成物のpHは変動するが、本発明の効果を発現させるためには、pHを1以上7未満とする必要がある。さらには、pHを2以上4未満とすることがより好ましい。組成物のpHをこの範囲とすることで、十分な研磨速度と研磨機等の腐食防止の効果をj得ることができる。従って、研磨用組成物のpHが1を下回る場合、または7以上である場合は、アルカリや酸の添加によりpHを調整する必要がある。この場合においても、金属イオンを含まないアルカリや酸を使用して、最終的な研磨用組成物の金属イオンを実質的に含まないものとすることが好ましい。もし、原材料に金属イオンが含まれていた場合、研磨用組成物から適当な手段によって、金属イオンを除去することが必要である。

【0041】本発明による研磨用組成物は、実質的に金属イオンを含有しない。実質的に金属イオンを含有しないとは、本願発明の効果を損なわない量の金属イオンが存在することは許容されることを意味している。具体的には、本発明による研磨用組成物の金属イオンの含有量は、一般に500ppm以下、好ましくは50ppm以下、である。

【0042】また、本発明による研磨用組成物の貯蔵に際し、酸化剤が分解するのを防ぐために、研磨用組成物を二つもしくはそれ以上の組成物に分けた状態で保管してもよい。一例として、研磨材、有機酸および水を含むスラリーを高濃度の原液として調製、保存しておき、研磨直前またはその原液を希釈する際に酸化剤を溶解させて所定の組成の研磨用組成物を得る方法が考えられるが、このような方法を用いれば、比較的高濃度で、長期間の保存が可能となる。

【0043】本発明による研磨用組成物は、比較的高濃度の原液として調製、貯蔵あるいは輸送をし、実際の研磨加工時に希釈して使用することもできる。前述の各種成分の好ましい濃度範囲は、実際の研磨加工時のものと記載したものであり、このような使用方法をとる場合、貯蔵または輸送されている状態においてはより高濃度の溶液となることは言うまでもない。さらには、取り扱いやすさの観点から、研磨用組成物がそのような濃縮された形態で製造されることが好ましい。

【0044】なお、本発明による研磨用組成物が、サブ

ストレーットの研磨において、表面粗さが小さく、研磨速度が大きいと同時にスクラッチの発生を抑制することができる理由についての詳細な機構は明確に理解されていないが、Ni-Pメッキしたサブストレーットを例に挙げると以下のように推察される。

【0045】まず、表面粗さが小さく研磨速度が大きい理由については、Ni-Pメッキ表面が有機酸のケミカルな作用によってエッチングされるとともに、酸化剤のケミカルな作用によって酸化され脆くなったところに、微細な二酸化ケイ素粒子による機械的作用が働き、小さな単位で、Ni-P表面が容易に除去されるためと考えられる。

【0046】また、スクラッチの発生を抑制することができる理由については、本発明による研磨用組成物が金属イオンを含まないため、研磨材である二酸化ケイ素の凝集を促進しないためと考えられる。

【0047】メモリーハードディスクの製造法

本発明によるメモリーハードディスク製造方法は、前記した研磨用組成物を用いて、メモリーハードディスクを研磨することを含むものである。

【0048】研磨対象となるメモリーハードディスクのサブストレーットには、例えばNi-Pディスク、Ni-Feディスク、ボロンカーバイドディスク、カーボンディスク等がある。これらのうち、Ni-Pディスクに特に好適である。

【0049】本発明のメモリーハードディスクの製造方法は、前記した研磨用組成物を用いられる限り、従来のいかなるメモリーハードディスクの研磨方法や研磨条件と組み合わせることでもできる。

【0050】例えば、研磨機として、片面研磨機、両面研磨機、および他を使用することができる。また、研磨パッドは、スウェードタイプ、不織布タイプ、植毛布タイプ、起毛タイプ等を用いることができる。

研磨条件 (1段目)

研磨機	: 両面研磨機
被加工物	: 3.5" 無電解Ni-Pサブストレーット
研磨枚数	: (2枚/キャリア) × 5キャリア × 2バッチ = 20枚
研磨用組成物	: DISK LITE A3510 (株式会社フジインコーポレーテッド製)
研磨用組成物希釈率	: 1:2イオン交換水
研磨用組成物供給量	: 100cc/分
研磨パッド	: Surfin 018-3 (株式会社フジインコーポレーテッド製)
加工圧力	: 80g/cm ²
下定盤回転数	: 60rpm
研磨時間	: 5分

【0056】研磨試験

次に、上記実施例1〜32および比較例1〜13の試料と、1段目研磨済のサブストレーットを用いて研磨試験を行った。研磨条件は以下の通りであった。なお、サブス

* 【0051】また、本発明による研磨用組成物は、表面粗さが小さく、研磨速度が大きいと同時にスクラッチの発生を抑制することができることから、表面粗さがRa = 30Å以下に調整されたサブストレーットに対して、1段階で研磨を行うこともできるが、研磨工程を条件の異なった2段階以上で行うことも可能である。研磨工程が2段階以上で行われる場合、前記した研磨用組成物を用いた研磨工程を最終の研磨工程とすること、すなわち予備研磨されたサブストレーットに対して、本発明による研磨用組成物を用いて研磨することが好ましい。さらには、本発明による研磨用組成物による研磨をより効率的に行うためには、予備研磨されたサブストレーットの表面粗さは、光学式表面粗さ計を用いた測定方法において、Ra = 15Å以下に調整されていることが好ましい。

【0052】以下は、本発明による研磨用組成物およびメモリーハードディスクの製造方法について例を用いて具体的に説明するものである。なお、本発明は、その要旨を超えない限り、以下に説明する諸例の構成に限定されるものではない。

【0053】研磨用組成物の調製

まず、イオン交換水に、コロイダルシリカ(1次粒子径: 0.035μm)、酸化剤および有機酸を、それぞれ表1に記載されたとおり添加、混合して、実施例1〜32および比較例1〜13の試料を調製した。過酸化水素は31%濃度の過酸化水素水を使用した。表1に記載した含有量は、過酸化水素としての値である。なお、各々の試料のpHは表1に示す通りであった。

【0054】研磨試験用サブストレーットの作成

前記の試料を用いて2段階研磨による評価を行うために、サブストレーットを作成した。研磨条件は以下の通りであった。

【0055】

ストレーットの表面粗さ(Ra)は、光学式表面粗さ計MicroXam [X50] (米国Phase Shift) (米国Phase Shift)を用いて測定した値を記載した。

【0057】

研磨条件

研磨機	: 両面研磨機
被加工物	: 3.5' 無電解Ni-Pサブストレート (1段研磨済、表面粗さ: Ra=1.2A)
研磨枚数	: (2枚/キャリア) × 5キャリア × 2バッチ = 20枚
研磨パッド	: BELLATRIX N0058 (カネボウ株式会社製)
加工圧力	: 100g/cm ²
下定盤回転数	: 40rpm
研磨用組成物希釈率	: 原液
研磨用組成物供給量	: 50cc/分
研磨時間	: 10分

【0058】研磨後、サブストレーートを順次洗浄、乾燥した後、研磨によるサブストレーートの重量減を測定した。測定は、研磨された20枚全てについて行い、その平均から研磨速度を求めた。評価基準は以下の通りである。

◎: 0.1μm/min以上

○: 0.05μm/min以上0.01μm/min未満

X: 0.05μm/min未満

【0059】次に、暗室内にてスポットライト(山田光学工業株式会社製、50ワルクス)下で目視にて、研磨*

*後の全サブストレーートの表裏面を観察、スクラッチ数をカウントし、その平均から面当たりのスクラッチ数を求めた。評価基準は以下の通り

◎: 10本/面未満

○: 10本/面以上20本/面未満

X: 20本/面以上

研磨速度およびスクラッチの発生状況に関する評価結果は、表1に示すとおりであった。

【0060】

【表1】

試料番号	コロイダルシリカ含有量 (wt%)	研磨液	研磨時間 (min)	研磨液	含有量 (wt%)	pH	研磨速度	スクラッチ
試料1	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料2	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料3	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料4	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料5	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料6	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料7	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料8	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料9	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料10	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料11	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料12	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料13	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料14	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料15	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料16	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料17	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料18	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料19	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料20	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料21	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料22	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料23	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料24	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料25	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料26	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料27	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料28	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料29	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料30	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料31	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○
試料32	1.3	リン酸液	0.5	研磨液(水)	1.0	7.4	○	○

【0061】

【表2】

13

	コロイダルシリカ含有量 (wt%)	有機酸		酸化剤		pH	研磨速度	スクラッチ
		種類	含有量 (wt%)	種類	含有量 (wt%)			
比較例 1	4.5	リンゴ酸	1.0	—	—	—	×	×
比較例 2	4.5	マレイン酸	1.0	—	—	—	×	×
比較例 3	4.5	乳酸	1.0	—	—	—	×	×
比較例 4	4.5	酢酸	1.0	—	—	—	×	×
比較例 5	4.5	グルタミン酸	1.0	過酸化水素	1.6	7.9	×	×
比較例 6	4.5	リンゴ酸	1.0	過硫酸カリウム	2.0	2.9	○	×
比較例 7	4.5	リンゴ酸	1.0	過硫酸カリウム	2.0	2.6	×	×
比較例 8	4.5	リンゴ酸ナトリウム	1.0	過酸化水素	1.6	8.8	×	×
比較例 9	4.5	マレイン酸ナトリウム	1.0	過酸化水素	1.6	8.8	×	×
比較例 10	13.9	硝酸鉄(II)	3.0	—	—	2.0	○	×
比較例 11	13.9	硝酸鉄(II)	3.0	過酸化水素	1.6	2.0	○	×
比較例 12	4.5	クエン酸鉄アンモニウム(III)	1.0	—	—	7.5	×	×
比較例 13	4.5	クエン酸鉄アンモニウム(III)	1.0	過酸化水素	1.6	6.3	○	×

14

【0062】表1の実施例1～32の結果より、本発明による研磨用組成物は、大きな研磨速度が得られることが分かる。また、実施例1～32と比較例1～4の結果より、本発明による研磨用組成物は、高い研磨性能を発揮することが可能であることがわかった。

【0063】さらに、実施例1～32と比較例5、12および13の結果より、リンゴ酸、マレイン酸、乳酸、酢酸、クエン酸、コハク酸、マロン酸、グリコール酸、アジピン酸、アスコルビン酸、イタコン酸、イミノジ酢酸、グリオキシル酸、ギ酸、アクリル酸、クロトン酸およびニコチン酸からなる群より選ばれる少なくとも1種類の有機酸を含む本発明による研磨用組成物は、これら以外の有機酸であるグルタミン酸および有機酸の鉄塩であるクエン酸鉄アンモニウム(III)を含む組成物と比較して、スクラッチの発生を防止できることが分かる。

【0064】また、実施例4と比較例6および7の結果より、本発明による研磨用組成物は、金属イオンを含む酸化剤である塩素酸カリウムや過硫酸カリウムを含む組成物と比較して、研磨速度が大きくスクラッチの発生を防止できることが分かる。

【0065】さらに、実施例1～9と比較例8および9の結果より、有機酸を含む本発明による研磨用組成物は、有機酸塩を含む組成物と比較して、研磨速度が大きくスクラッチの発生を防止できることが分かる。

【0066】そして、実施例1～26と比較例10～13の結果より、本発明による研磨用組成物は、従来の鉄化合物を含む組成物およびさらに酸化剤を含む組成物と*

*比較して、スクラッチの発生を防止できることが分かる。

【0067】なお、実施例1～32および比較例1～13のいずれの試料で研磨したサブストレートも、表面粗さは小さく問題となるレベルではなかった。

【0068】前述のように、本発明による研磨用組成物は、研磨速度が大きくスクラッチの発生を抑制することができ、表面粗さを小さくすることができ、また大きな研磨速度をもたらされることがわかった。

【0069】

【発明の効果】以上より、本発明による研磨用組成物は、研磨速度が大きくスクラッチの発生を抑制することができ、表面粗さを小さくすることが可能になるとともに、大きな研磨速度をもたらすことができる。

【0070】また、本発明による研磨用組成物を用いることにより、研磨速度が大きくスクラッチの発生を抑制することができ、表面粗さを小さくすることが可能であり、優れた加工表面を有するメモリーハードディスク用のサブストレートを効率的に製造することができる。

【0071】さらに、あらかじめ少なくとも一度、予備研磨工程が行われ、仕上げ研磨前の表面粗さが $R_a = 3.0 \text{ \AA}$ 以下であるメモリーハードディスク用のサブストレートを、本発明による研磨用組成物を用いて仕上げ研磨を行うことにより、優れた仕上げ加工表面を有するメモリーハードディスク用のサブストレートを製造することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 大 脇 寿 樹
愛知県西春日井郡西枇杷島町地領二丁目1番地の1 株式会社フジミインコーポレーテッド内

(72)発明者 横 道 典 孝
愛知県西春日井郡西枇杷島町地領二丁目1番地の1 株式会社フジミインコーポレーテッド内

(72)発明者 平 野 淳 一
愛知県西春日井郡西枇杷島町地領二丁目1番地の1 株式会社フジミインコーポレーテッド内

(9)

特開2002-294225

Fターム(参考) 3C058 AA07 CA01 CB10 DA02
5D112 AA02 AA03 BD06 GA14